

DERWENT-ACC-NO: 1987-015698
DERWENT-WEEK: 199641
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Alumina or alumina-zirconia ceramic contg. silicon carbide whisker - reinforcement includes sintering aid and dispersed phase such as boron and transition metal cpd., useful as tool for steel and iron

INVENTOR: NAKAMURA, M; SUZUKI, J

PATENT-ASSIGNEE: NGK SPARK PLUG CO LTD[NITS]

PRIORITY-DATA: 1985JP-0178624 (August 15, 1985) , 1985JP-0124412 (June 10, 1985) , 1985JP-0124413 (June 10, 1985) , 1985JP-0178623 (August 15, 1985)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
EP 208910 B2	September 11, 1996	E	009	C04B 035/80
EP 208910 A	January 21, 1987	E	013	N/A
JP 61286271 A	December 16, 1986	N/A	000	N/A
JP 61286272 A	December 16, 1986	N/A	000	N/A
JP 62041775 A	February 23, 1987	N/A	000	N/A
JP 62041776 A	February 23, 1987	N/A	000	N/A
EP 208910 B	April 12, 1989	E	000	N/A
DE 3662782 G	May 18, 1989	N/A	000	N/A
JP 93020379 B	March 19, 1993	N/A	003	C04B 035/10
JP 93020380 B	March 19, 1993	N/A	003	C04B 035/10
JP 93020381 B	March 19, 1993	N/A	005	C04B 035/10
JP 93020382 B	March 19, 1993	N/A	005	C04B 035/10

DESIGNATED-STATES: DE FR GB

CITED-DOCUMENTS: 1.Jnl.Ref; EP 133864 ; EP 194811 ; JP60005079 ; US 4366254 ; US 4507224 ; 2.Jnl.Ref ; GB 954285 ; JP 6005079 ; US 3459842 ; US 3833389 ; US 4158687 ; US 4343909 ; US 4410635 ; US 4463058 ; US 4464192 ; US 4485179 ; US 4526875

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
--------	-----------------	---------	-----------

EP 208910B2	N/A	1986EP-0107916	June 10, 1986
EP 208910A	N/A	1986EP-0107916	June 10, 1986
JP61286271A	N/A	1985JP-0178623	August 15, 1985
JP61286272A	N/A	1985JP-0178624	August 15, 1985
JP93020379B	N/A	1985JP-0124412	June 10, 1985
JP93020379B	Based on	JP61286271	N/A
JP93020380B	N/A	1985JP-0124413	June 10, 1985
JP93020380B	Based on	JP61286272	N/A
JP93020381B	N/A	1985JP-0178623	August 15, 1985
JP93020381B	Based on	JP62041775	N/A
JP93020382B	N/A	1985JP-0178624	August 15, 1985
JP93020382B	Based on	JP62041776	N/A

INT-CL (IPC): B23B027/14; C04B035/10 ; C04B035/80

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 208910A

BASIC-ABSTRACT: Ceramic composite comprises (wt.%): (A) 5-60 and pref. 5-50 SiC whisker; (B) 0.1-7 of one or more oxides of Ca, Mg, Si, Ni, Y and lanthanide; (C) and/or (D) wherein (C) is 0.05-7 of one or more of B, C, AlN, B₄C or boride of Si, Al, Y or lanthanide, and (D) is 0.05-40 metal, oxide, carbide, nitride, boride or solid soln. of Group IVa, Va or VIa element; (E) min. Al₂O₃ as balance.

Compsns. are: (1) SiC whiskers, 7-35 ZrO₂, component (B), component (C) or Group IVa, Va or VIa metal, and balance Al₂O₃; (2) SiC whiskers, 0.1-7 MgO, CaO, Y₂O₃ or lanthanide oxide, 0.5-40 oxide, nitride or carbide of Ti, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo or W or boride of Group IVa, Va or VIa with 0.05-5 component (C) or actinide boride, and balance Al₂O₃; (3) SiC whisker, 0.1-7 MgO, CaO, Y₂O₃ or lanthanide oxide, 0.5-40 one or more of oxide/nitride/carbide or of borides of Group IVa, Va or VIa metal, 3-40 ZrO₂, 30-80 Al₂O₃ and opt. 0.05-5 component (C) or actinide boride.

USE/ADVANTAGE - In mfr. of tools for high speed cutting of iron and steel, addn. of dispersed phases (C) and (D) increases toughness of fibre-reinforced Al₂O₃ and Al₂O₃/ZrO₂ ceramics contg. sintering aids (B).

ABSTRACTED-PUB-NO: EP 208910B

EQUIVALENT-ABSTRACTS: A fibre-reinforced ceramic material for tools comprising 5-50 wt.% SiC whiskers, 7-35 wt.% ZrO₂, 0.1-7 wt.% of one or more oxides selected from the group consisting of CaO, MgO, SiO₂, NiO, Y₂O₃ and lanthanide oxide, 0.05-7 wt.% of one or more components selected from the group consisting of B, C, AlN, B₄C and borides of Si, Al, Y, lanthanide or of a transition metal belonging to Groups IVa, Va and VIa of the Periodic Table and the balance of

Al₂O₃.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0 Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

ALUMINA ALUMINA ZIRCONIA CERAMIC CONTAIN SILICON CARBIDE
WHISKER REINFORCED
SINTER AID DISPERSE PHASE BORON TRANSITION METAL COMPOUND
USEFUL TOOL STEEL
IRON

DERWENT-CLASS: L02 P54

CPI-CODES: L02-J02C;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1987-006413

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-41775

⑮ Int.Cl.¹

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)2月23日

C 04 B 35/80
35/10

7158-4G
7412-4G

審査請求 未請求 発明の数 2 (全4頁)

⑭ 発明の名称 工具用繊維強化複合材料

⑯ 特 願 昭60-178623

⑰ 出 願 昭60(1985)8月15日

⑱ 発 明 者 鈴木 淳 一 郎 名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内

⑲ 発 明 者 中 村 実 名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会社内

⑳ 出 願 人 日本特殊陶業株式会社 名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

㉑ 代 理 人 弁理士 竹 内 守

明 細 書

1 発明の名称

工具用繊維強化複合材料

2 特許請求の範囲

- (1) SiC ウィスカー 5～50重量%、MgO、CaO、Y₂O₃、ランタノイドの酸化物から選ばれた一種以上0.1～7重量%、Ti、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W及びその酸化物、窒化物、炭化物から選ばれた一種以上0.5～40重量%又は周期律表Ⅱa、Ⅲa、Ⅳa族の遷移金属の硼化物から選ばれた一種以上0.05～40重量%、残部Al₂O₃からなることを特徴とする工具用繊維強化複合材料
- (2) SiC ウィスカー 5～50重量%、MgO、CaO、Y₂O₃、ランタノイドの酸化物から選ばれた一種以上0.1～7重量%、Ti、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W及びその酸化物、窒化物、炭化物から選ばれた一種以上0.5～40重量%又は周期律表Ⅱa、Ⅲa、Ⅳa族の遷移金属から選ばれた一種以上0.05～40重量%、Al、AlN、B、C、

B₄C又は(Bi、Al、Y、ランタノイド、アクチノイド)の硼化物から選ばれた一種以上0.05～5重量%、残部Al₂O₃からなることを特徴とする工具用繊維強化複合材料

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、鋼および鋳鉄の高速切削に使用するのに適した高密度で靱性の強いアルミナ系のセラミックス材料特にSiCウィスカーで強化された工具を製造するためのセラミックス材料組成物に関する。

(従来の技術)

アルミナはセラミックス材料の代表的なもので、高速切削用工具としては、高速切削時における優れた耐酸化性を示すこと、かつ鉄との化学反応性が低く、摩擦係数が小さいなどの理由で、現在酸化アルミニウム基切削工具が主流となつている。

しかしながら、酸化アルミニウムは、耐熱衝撃性および高温での機械的特性が充分でないため、酸化アルミニウム基切削工具では高速切削速度で

安定して鋼を切削することはきわめて困難である。

最近に至り、セラミックスの強化手段として繊維強化セラミックス(FRC)が有望視されており、特に高温での靱性劣化に対しては極めて有効な手段であるといわれており、工具材料への応用が期待されている。

酸化アルミニウム単結晶系の工具を使用する場合、その靱性の低さより、使用範囲がかなり限定されているので、これを改良すべく、種々の研究がなされた。すなわち、マトリックスとして工具用に好適とされている Al_2O_3 を用い、分散繊維としてB1Cウイスキーを用い、従来から慣用されている Al_2O_3 焼結体に比べかなりの靱性および硬度が向上することが認められているものの未だ十分に市場の要求を満足しうるものではなかつた。

その原因について種々検討したところ Al_2O_3 とB1Cウイスキーとの間の親和性が悪いことによつてウイスキーの分散強化効果が生かされていないためと思われた。

即ち、B1C自体はもともと Al_2O_3 との親和性が

れたもので、特に両者の親和性はB1Cウイスキーの表面を改質することにより、 Al_2O_3 母相形成成分との密着性を向上させ得るという知見に基づくものである。

即ち、第1の発明は、B1Cウイスキー5～50重量%、 MgO 、 CaO 、 ZrO_2 、ランタノイドの酸化物から選ばれた一種以上0.1～7重量%、Ti、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W及びその酸化物、窒化物、炭化物から選ばれた一種以上0.5～40重量%又は周期律表ⅡA、ⅢA、ⅣA族の遷移金属の窒化物から選ばれた一種以上0.05～40重量%、残部 Al_2O_3 からなる組成の複合材料にして、第2の発明は更にこの組成に対し、Al、AlN、B、O、 B_2O_3 及び(Bi、Al、Y、ランタノイド、アクチノイド)の窒化物から選ばれた一種以上0.05～5重量%を添加してなる組成物である。

(作用)

上記においては、靱性を向上させるべく研究した結果、第1の発明、第2の発明に於て示したように Al_2O_3 母相形成成分に分散させるものに、特

悪くさらにウイスキーは焼結の駆動力となる格子欠陥が極めて少ないので、一層両者の親和性は悪化されている。

従つて、従来は通常の Al_2O_3 焼結体に比べウイスキーを添加する場合、焼結助剤を多くしたり、焼結温度をあげたり、さらに加圧焼結法を用いたりしていたのが現状である。

本発明は、上記欠点を改良し、高速切削でも、耐摩耗性および耐熱衝撃性に優れ寿命の長いセラミックス切削工具を提供することを目的とするものである。

(発明が解決しようとする問題点)

上記の従来法によるときは、 Al_2O_3 母相自体の強度を低下させ、更に Al_2O_3 母相とB1Cウイスキーとが十分に密着していないので、最終焼結体は十分な靱性強度を得ることができなかつた。

(問題点を解決しようとするための手段)

本発明は上記の問題点を種々検討の結果、 Al_2O_3 とB1Cウイスキーの親和性を改善すれば、セラミックスの靱性を改善し得るとの着想に基づきな

定の金属及び酸化物、窒化物、炭化物、硼化物を第1の分散相形成成分とし、これに更に高強度セラミックスであるB1Cウイスキーを第2の分散相形成成分として、上述の分散相にからませることが有効であることを見出した。ここで第1の分散相は靱性の向上に有効であることは勿論、硬度の向上の手段としても欠くべからざるものである。

又特に第2の発明で示した特定の元素化合物、硼化物は前記第1の分散相の効果を一層高める第3の分散相として価値あることを見出した。

なお第1の発明では Al_2O_3 が組成物の30～70重量%占めるようにし、又、第2の発明では Al_2O_3 が組成物の30～90重量%占めるようにすることがアルミナ系工具材料の特徴を生かす手段として配慮さるべきことである。

次に本発明の焼結材料に於て、成分範囲を前記の如く限定した理由を説明する。

Al_2O_3 母相中に、第1の分散相形成成分として添加されるTi、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W及びその酸化物、窒化物、炭化物は0.5重量

未満では所望の効果はなく、又、40重量%を超えると靱性が低下するので好ましくない。又周期律表Ⅱa、Ⅴa、Ⅵa族の遷移金属の酸化物を選択する場合は0.05重量%未満では所望の効果は得られず、又、40重量%を超えると靱性が低下するので好ましくない。

又、焼結助剤としての MgO 、 CaO 、 Y_2O_3 、ランタノイドの酸化物は Al_2O_3 の結合相を形成し、焼結性を一段と向上させるのに有効であるが、添加量が0.5重量%未満では所望の効果は得られず、又7重量%を超えると焼結性に劣化傾向が現われるようになり、靱性が低下するので好ましくない。

第2分散相形成成分であるSiCウイスキーは5重量%未満では効果は無く、50重量%を超えると焼結性が低下するので好ましくない。

又更に、第3の分散相形成成分であるAl、AlN、B、C、又は(B1、Al、Y、ランタノイド、アクチノイド)の酸化物から選ばれた一種以上は0.05重量%未満ではSiCウイスキーを Al_2O_3 に親和させる所望の効果は得られず、5重量%を超

えるとB1との化合物が出来やすくなりマトリックスとウイスキーの界面の強度が低下し良好な結果が得られない。

(実施例)

実施例1

原料粉末として平均粒径 $0.7\mu m$ を有する Al_2O_3 粉末と、SiCウイスキー(直径 $0.1\mu m \sim 1.0\mu m$ 、主体粒径 $0.2 \sim 0.5\mu m$ 、長さ $50 \sim 200\mu m$ 、アスペクト比 $50 \sim 300$ 、密度 $3.199/cm^3$)および、平均粒径 $2\mu m$ 以下の焼結助剤(MgO 、 CaO 、 Y_2O_3 、ランタノイドの酸化物)と、平均粒径 $0.5 \sim 2\mu m$ を有するTi、Bf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、Wの酸化物、窒化物、炭化物、硼化物(添加物)Al、AlN、B、C、B₄C及び(B1、Al、Y、ランタノイド、アクチノイド)の酸化物等を用意し、これら原料粉末をそれぞれ表1の配合に示される組成割合で配合し、ボールミルの中で、12時間混合したのち、乾燥して素地粉末を調整し得た。

この調整して得られた素地粉末を、引き続いて

次の2つのいずれかの方法で成型体を得た。

(a)ホットプレス法

この素地粉末を表1に示す焼結温度で、圧力 $200kg/cm^2$ 、加圧時間15分で加圧焼結法により、黒鉛型内において焼結した。

(b)熱間静水圧加圧法

この素地粉末にパラフィンを4重量%添加し、60メッシュふるいで全通させた後、圧力 $1t/cm^2$ で加圧成型し、減圧アルゴン雰囲気下で、表1の焼結温度で1時間焼成した。この焼結体を $1550^\circ C$ 、 1500 気圧、保持時間1時間の条件で熱間静水圧加圧法により焼成した。

これにより、実質的に配合組成と同一の成分組成をもつた本発明焼結材料の例1～例15および比較焼結材料の例16～例21をそれぞれ製造した。なお、比較焼結材料の例16～21は、いずれも構成成分のうちのいずれかの成分含有量(表1に*印を付したもの)がこの発明の範囲から外れた組成をもつものである。

このようにして得られた焼結体をダイヤモンド

砥石を用いてUNGN452TN、表面3B以下(JISによる)に研摩し、硬さ測定および以下に示す条件の切削テストを行なった。その結果は、表1に示すとおりである。

■切削テストの条件

被削材	: SCM420 浸炭焼入れ材(HV800)
切削速度(v)	: $60m/min$
送り速度(f)	: $0.12mm/rev$
切り込み(t)	: $0.15mm$
切削油	: 水溶性
寿命判定(min)	: 欠損までの切削時間

表1に示されるように、本発明の焼結材料の例1～例15は、いずれも比較焼結材料の例16～例21に比して優れた耐摩耗性を示し、長期に亘って優れた切削性能を発揮することが明らかである。

表 1

試料No		Al ₂ O ₃ (wt%)	添加物 (wt%)		焼結助剤 (wt%)		SiCウイ スカー (wt%)	添加物 (wt%)		焼結温度 °C	製造法 (a)or(b)	硬 度 (H45N)	切削時間 (min)
実 施 例	1	58	TiC 30	—	MgO 2	—	10	—	—	1880	a	90.5	50
	2	44.5	TiC 25	TiO ₂ 8	MgO 1	Y ₂ O ₃ 1.5	20	—	—	1850	a	91.1	45
	3	51	TiC 15	Ta 2	CaO 1	Dy ₂ O ₃ 1	30	—	—	1750	b	90.4	66
	4	45	WC 5	TiN 5	MgO 2	—	45	—	—	1800	b	89.5	57
	5	43	TiC 20	WB 10	MgO 1	Dy ₂ O ₃ 1	25	AlN 5	—	1800	a	91.1	45
	6	60	TiC 25	TaO 5	Y ₂ O ₃ 1	—	8	B 1	—	1800	a	90.8	60
	7	35.5	TiC 10	HfC 8	Dy ₂ O ₃ 5	—	43	C 0.5	—	1900	a	90.1	50
	8	46.5	TiC 30	Ti 5	CaO 1	Y ₂ O ₃ 1	15	ZrB ₂ 1.2	—	1850	a	91.4	75
	9	52.5	TaC 7	V 3	MgO 2.0	—	35	B ₄ C 0.8	—	1850	a	89.4	40
	10	54	TiC 10	—	Dy ₂ O ₃ 1.5	—	30	AlN 1	WB 5.5	1850	a	89.5	48
	11	54	TiB ₂ 18	—	CaO 1	Y ₂ O ₃ 2	25	YB ₂ 2	—	1770	b	90.0	55
	12	54.5	TiC 15	TiB ₂ 10	MgO 1.5	CaO 1	17	MoB ₂ 1	—	1740	b	91.2	65
	13	56	TiC 28	Ta 2	MgO 1	Dy ₂ O ₃ 2	50	AlN 1	—	1770	b	91.5	71
	14	64	TiC 10	TiO ₂ 5	Y ₂ O ₃ 1.5	—	20	ThB ₂ 1.5	—	1700	b	90.7	45
	15	50.9	TiC 15	HfO ₂ 7	ZrO ₂ 2	—	25	DyB ₂ 0.1	—	1740	b	90.2	41
比 較 例	16	12	TiC 15	MoB 10	CaO 5	—	40 [*]	—	—	1950	a	87.5	5
	17	78	TiB ₂ 20	—	MgO 1	Y ₂ O ₃ 1	— [*]	—	—	1700	b	90.4	1
	18	51	TiC 40 [*]	TiO ₂ 5	CaO 1	MgO 2	20	B 1	—	1900	a	90.1	7
	19	45.5	TaC 10	TiN 5	MgO 4 [*]	Dy ₂ O ₃ 4 [*]	30	YB ₂ 1.5	—	1650	a	88.2	0.1
	20	72.5	—	—	Y ₂ O ₃ 1	Ho ₂ O ₃ 1	25	B ₄ C 0.5	—	1600	b	88.5	15
	21	44	TiC 30	—	Y ₂ O ₃ 1	—	15	C 10	—	1700	b	86.0	0.1

(発 明 の 効 果)

上述のように、この発明の焼結材料は、優れた耐摩耗性と耐熱衝撃性とを備えているので、これらの特性が要求される切削工具、特に鋼および鋼鉄の高速切削に切削工具として使用した場合に著しく長期に亘つて優れた切削性能を示すほか、熱間耐摩耗工具、さらには各種部品の製造に用いた場合にも優れた性能を発揮するものである。

代理人 弁理士 竹 内 守